

## Interfaces fracas em compósitos de matriz cerâmica de alumina/alumina

M.P. HABLITZEL, D.E. GARCIA, D. HOTZA

Núcleo de Materiais Cerâmicos e Vidros (CERMAT), Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)  
88040-970 Florianópolis, SC.

e-mail: [murilo\\_hablitzel@hotmail.com](mailto:murilo_hablitzel@hotmail.com) ; [jmp55@ig.com.br](mailto:jmp55@ig.com.br) ; [dhotza@gmail.com](mailto:dhotza@gmail.com)

### RESUMO

O uso de cerâmicas estruturais é limitado por sua fratura frágil. Compósitos de matriz cerâmica (CMCs) são materiais que possuem reforços estruturais que atuam aumentando a energia necessária para que o material se fracture. O presente artigo apresenta uma alternativa para a produção de CMCs em que matriz e fibras são constituídas de alumina. Os mecanismos responsáveis pelo aumento da tenacidade ocorrem devido a uma interfase porosa entre matriz e fibras.

**Palavras chaves:** Compósitos de matriz cerâmica, interface fibra-matriz, ponteamento de trincas.

### Weak interfaces in alumina/alumina CMCs

### ABSTRACT

The use of structural ceramics is limited by their brittle fracture behavior. Ceramic matrix composites (CMCs) are materials with structural reinforcements which increase the necessary energy to fracture the material. This paper presents an alternative to produce CMCs possessing matrix and fibers that are made with alumina. The toughening mechanisms occur due to the existence of a porous interface between the matrix and the fibers.

**Keywords:** Ceramic matrix composites, fiber-matrix interface, crack bridging.

## 1 INTRODUÇÃO

Compósitos de matriz cerâmica reforçados por fibras são materiais desenvolvidos para contornar a fragilidade e a baixa confiabilidade das cerâmicas monolíticas. As fibras conferem uma maior tolerância ao dano, tornando esses compósitos aptos a aplicações extremas em que sejam requisitadas altas temperaturas de operação, baixa densidade, resistência à corrosão e tolerância adequada ao dano [1-10].

A natureza da interação entre matriz e fibras é fundamental para os mecanismos de tenacificação responsáveis pelo aumento na resistência mecânica dos CMCs. Interfaces fortes tornam as fibras susceptíveis à propagação das trincas durante a fratura da matriz. Interfaces fracas favorecem a integridade das fibras. Portanto, os compósitos mantêm alguma resistência mecânica mesmo com a fratura da matriz, graças aos mecanismos de tenacificação como deflexão da trinca (*crack deflection*) e arrancamento (*pull out*) da fibra.

O objetivo do presente artigo é testar a eficiência de uma alternativa para a produção de CMCs alumina/alumina, na qual a porosidade próxima as fibras seja responsável por garantir uma interface fraca capaz de permitir a ocorrência dos mecanismos de tenacificação.

## 2 CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

A tenacidade nos materiais cerâmicos é afetada pela microestrutura e pelo caminho que a trinca se propaga pelo material. O caminho de propagação das trincas determina a superfície de fratura gerada, que influencia a energia absorvida durante a fratura. Para um material de mesma composição e livre de defeitos, monocristais e vidros possuem uma tenacidade à fratura menor quando comparados aos policristais. Isso pode ser explicado pela maior área de superfície criada na fratura intergranular nos materiais policristalinos [11].

O mecanismo de deflexão de trincas, apesar de não contribuir significativamente para o resultado quantitativo da absorção de energia durante a fratura, permite que as estruturas responsáveis pelo reforço

sejam preservadas durante a fratura da matriz. É a eficiência em manter as estruturas de reforço que garante uma resistência durante a fratura dos CMCs.

As condições para ocorrência da deflexão de trincas podem ser descritas pelo diagrama de He e Hutchinson (Figura 1) [12]. Nesta representação, os materiais da fibra e da matriz são relacionados em função do parâmetro de Dunders ( $\alpha$ ), Equação 1, e da razão entre as tenacidades à fratura da interface ( $\Gamma_i$ ) e da fibra ( $\Gamma_f$ ).

$$\alpha = \frac{E_f - E_m}{E_f + E_m} \tag{1}$$

onde  $E_f$  e  $E_m$  são o módulo de elasticidade da fibra e da matriz, respectivamente.

A região acima da curva corresponde à penetração da trinca na fibra, não havendo, portanto, tenacificação do material. A região abaixo da curva corresponde à deflexão da trinca em torno da fibra, levando ao aumento de tenacidade do material.

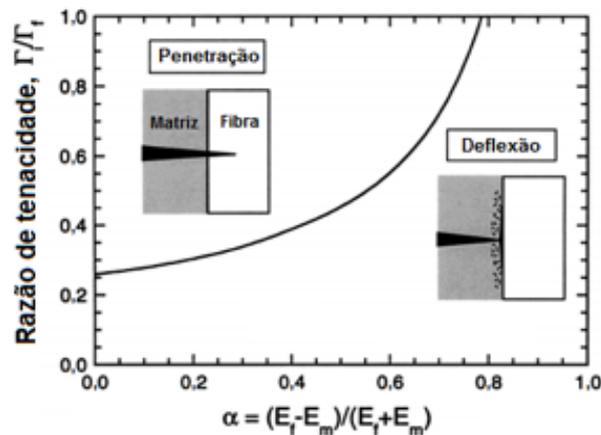


Figura 1: Ocorrência da deflexão de trinca de acordo com He e Hutchinson [12].

Os trabalhos de He e Hutchinson [12] foram baseados na utilização de um material para as fibras e outro material para a matriz. Para um modelo em que matriz e fibras sejam constituídas do mesmo material, algumas características como porosidade são cruciais para a possível ocorrência da deflexão [13]. Considerando um CMC alumina/alumina, pode-se controlar a deflexão de trinca pela porosidade da matriz, tendo em vista a influência da porosidade no módulo elástico e na tenacidade à fratura da alumina.

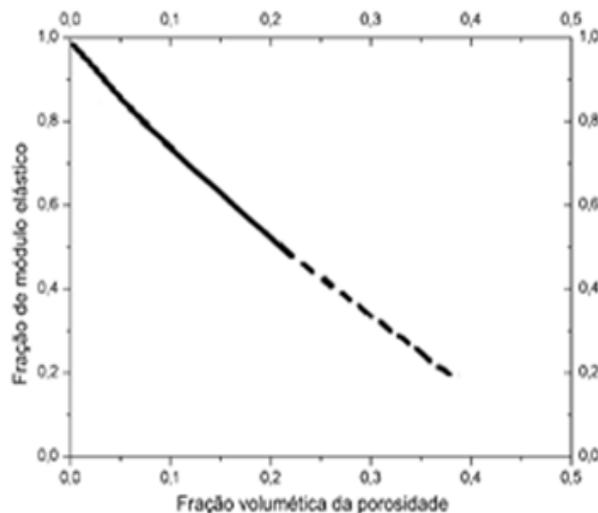
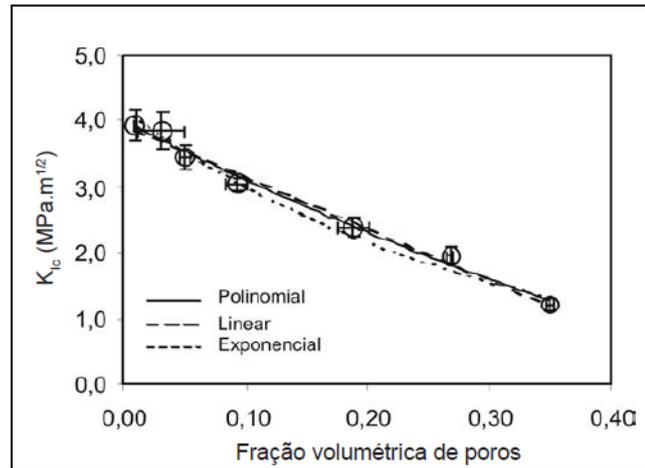


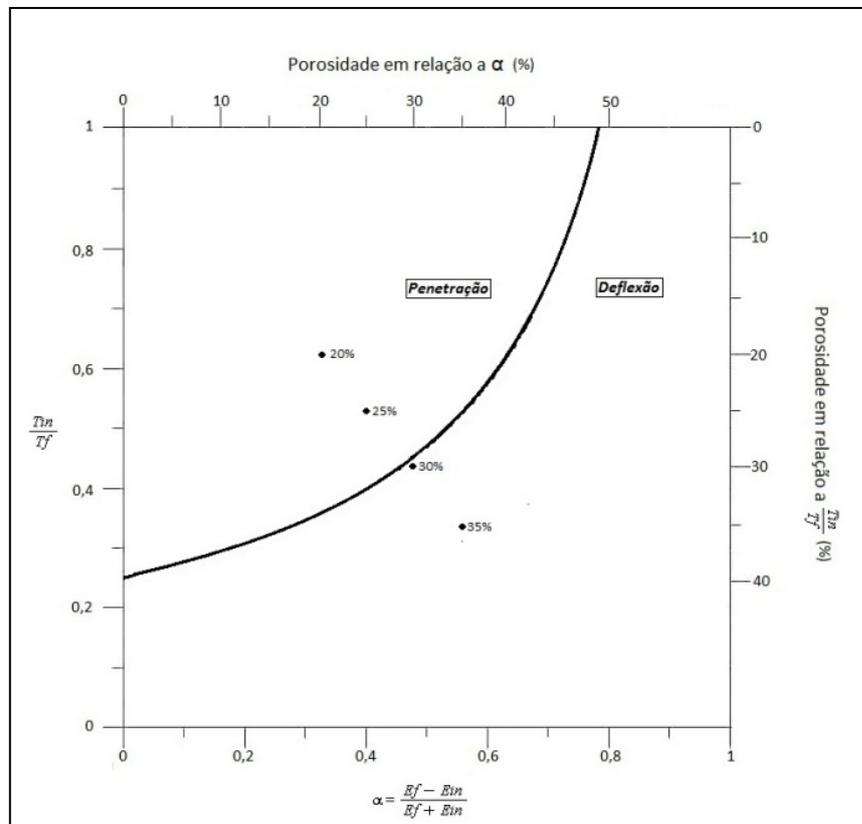
Figura 2: Redução do módulo elástico pelo aumento da porosidade [14].

O módulo de elasticidade está relacionado com a separação uniforme entre os átomos de um material [14]. O aumento da porosidade representa um menor número de átomos para que haja essa separação. Portanto, quanto maior a porosidade, menor a elasticidade. A Figura 2 representa uma descrição da variação do módulo de elasticidade fracional em função do volume de poros para corpos de alumina.

A tenacidade à fratura corresponde à capacidade de um material de resistir à propagação de trincas quando é submetido a uma carga. Poros representam vazios no interior da matéria que exercem menor resistência a propagação quando comparados com o material denso. Portanto, quando maior a porosidade menor a tenacidade à fratura. A Figura 3 apresenta um comportamento típico da tenacidade à fratura com o aumento da porosidade para a alumina [15].



**Figura 3:** Comportamento da tenacidade à fratura com o aumento da porosidade [15].



**Figura 4:** Diagrama de He e Hutchinson [12] adaptado para alumina porosa.

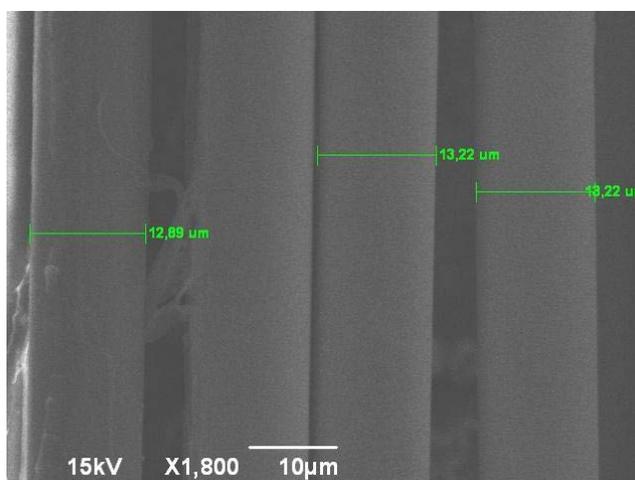
Considerando um compósito alumina/alumina em que as fibras possuem porosidade baixa o suficiente para ser desconsiderada e usando as relações entre porosidade, módulo elástico e  $K_{IC}$  [14, 15], pode-se adaptar o diagrama de He e Hutchinson (Figura 4) [12] para descrever o comportamento da deflexão de trinca por porosidade para um mesmo material (alumina).

A porosidade se refere a uma única região do compósito (interface), já que as fibras podem ser consideradas densas (não porosas). Neste caso, nota-se que o comportamento de deflexão de trinca pode ser esperado para uma porosidade da interface maior que 30%.

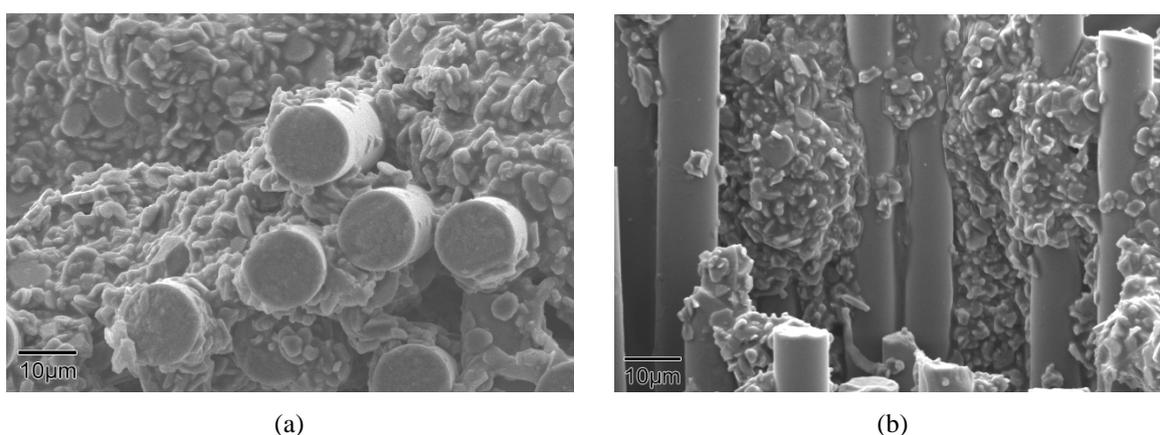
Com o intuito de evidenciar essa teoria a respeito da deflexão de trincas em CMCs e comprovar a possibilidade da deflexão controlando apenas a porosidade da interface próxima às fibras, foram confeccionados corpos-de-prova para que nas superfícies de fratura possam ser observados os mecanismos correspondentes de tenacificação.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os corpos de prova foram compostos de alumina com três características diferentes, correspondentes a fibras, matriz e interface. Foram utilizadas fibras de alumina alfa (Figura 5) de alta pureza (Nextel 610, 3M, >99%  $Al_2O_3$ ) para evitar a formação de fases secundárias em altas temperaturas.



**Figura 5:** Micrografia (MEV) das fibras de alumina alfa (coríndon).



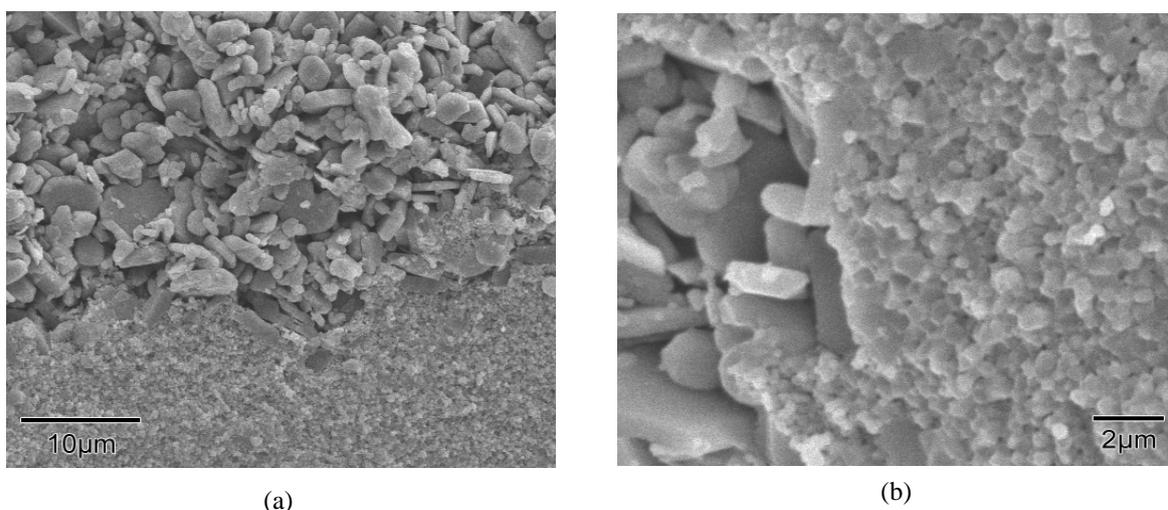
**Figura 6:** Micrografia (MEV) das fibras recobertas antes da sinterização: (a) vista superior; (b) vista axial.

As fibras foram recobertas (Figura 6) por *dip coating* em uma mistura de glicose e pó de alumina calcinada (A2-G, Alcoa,  $d_{50} = 4 \mu m$ ). Como matriz foi usada uma alumina fina (Tamei Chemicals,  $d_{50} = 0,2 \mu m$ ).

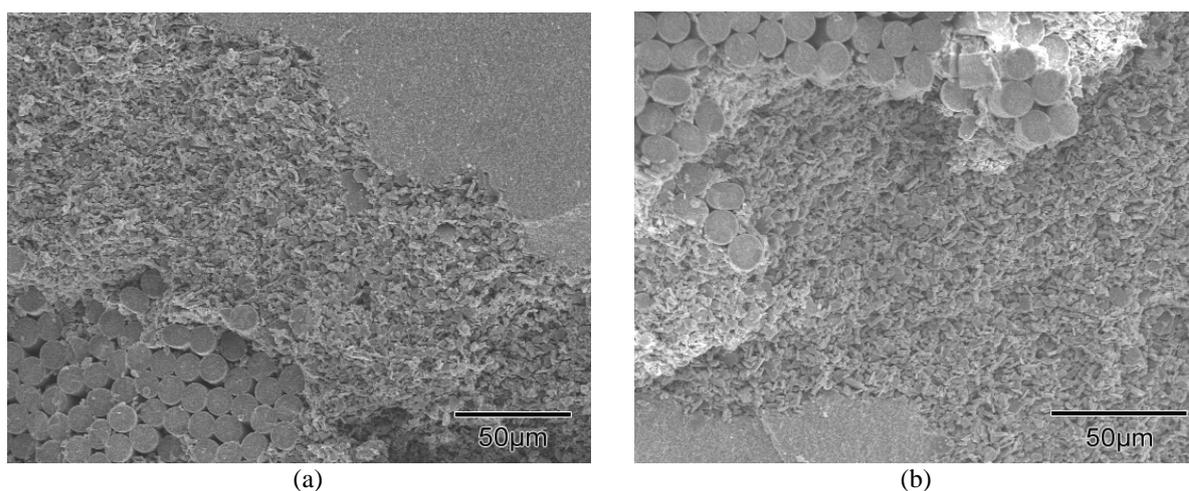
As fibras revestidas foram incorporadas na matriz de pó de alumina. Corpos-de-prova (20×60×5 mm) foram então conformados por prensagem uniaxial a 120 MPa. Para o tratamento térmico, em forno ao ar, usou-se uma taxa de aquecimento de 3°C/min, para facilitar a eliminação do material orgânico usado no revestimento das fibras. Os corpos foram sinterizados a uma temperatura máxima de 1350°C por 1 h, e em seguida deixados resfriar até temperatura ambiente sem ventilação forçada. Os corpos-de-prova sinterizados foram fraturados de tal modo que as superfícies de fratura fossem perpendiculares às fibras. As superfícies foram recobertas com ouro e foram observadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV, Jeol JSM-6390LV).

#### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após a sinterização observou-se uma diferença na densificação entre interface e matriz (Figuras 8 e 9), que está diretamente ligada à porosidade final destas regiões. Esta diferença é resultado da escolha de tamanho de partícula usado para o recobrimento das fibras e para a matriz [16].



**Figura 7:** Interface porosa entre fibras e matriz; (a) aumento de 2000×; b) aumento de 7000×.



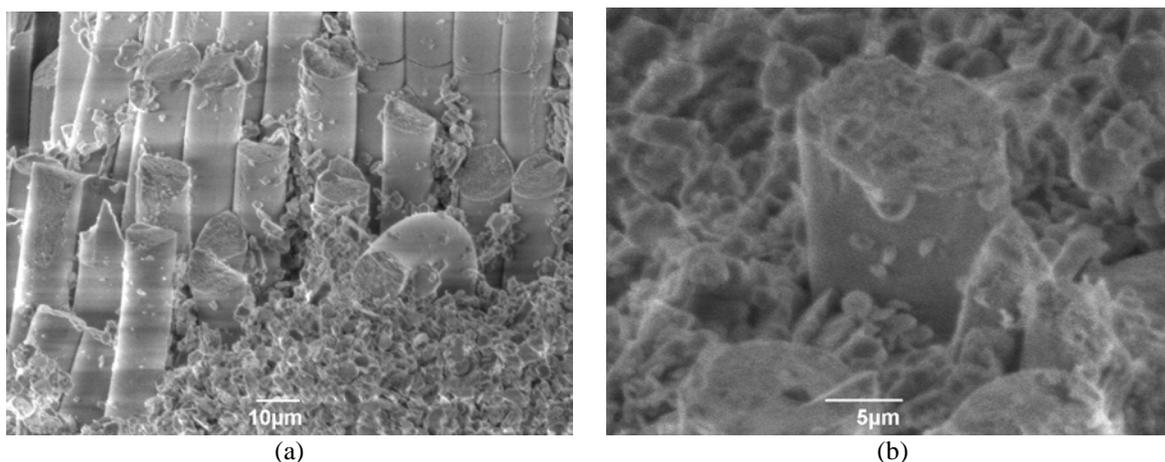
**Figura 8:** Interface porosa entre fibras e matriz; (a) aumento de 400×; b) aumento de 330×.

A densidade após o mesmo ciclo de sinterização foi medida para cada um dos tamanhos de partícula. A porosidade relativa foi estimada em relação à densidade teórica da alumina (3,96 g/cm<sup>3</sup> [17]) e ao valor da densidade após a sinterização em cada uma das regiões. Para a matriz foi medida uma porosidade

de 0,25% e para a interface um valor de 50%, que corresponde à região onde é esperada a deflexão de trinca, conforme Figura 4.

O objetivo de se ter uma região de maior porosidade no interior da matriz é criar uma região de menor energia necessária para a propagação das trincas. Essa região deve ser suficientemente pequena para preservar a resistência da matriz e disposta de tal maneira a ser um caminho energeticamente favorável em relação à propagação das trincas pelas fibras. Essas duas condições são alcançadas com o recobrimento das fibras, pois a porosidade fica restrita apenas ao redor das fibras. Pode-se observar a interface porosa após a sinterização na Figura 8.

Na Figura 9 observa-se o mecanismo de tenacificação por arrancamento (*pull out*) [18], que consiste no descolamento das fibras durante a fratura. A ocorrência de tal fenômeno garante o papel das fibras como reforço estrutural no compósito.



**Figura 9:** Fibras arrancadas da matriz: (a) visão ampla; (b) detalhe.

A tenacificação dos materiais cerâmicos se dá através de estruturas que absorvem energia durante a fratura. Para a proposta deste CMC com interface porosa ser viável, a fratura tem que acontecer nos seguintes passos [19]: a trinca inicia sua propagação na superfície do compósito; a trinca é defletida ao se aproximar das fibras através da interface porosa; a preservação das fibras aumenta a energia necessária para a trinca continuar a propagação; a energia é consumida no descolamento da interface com a matriz; finalmente, a fibra se rompe.

## 5 CONCLUSÕES

O presente trabalho é uma abordagem inicial que apresenta uma alternativa para a produção de CMCs alumina/alumina. Uma interface porosa foi empregada para preservar as fibras durante a fratura da matriz. Comprovou-se a viabilidade em se produzir essa interface através do recobrimento das fibras com alumina de tamanho de partícula maior que o utilizado na matriz. Desse modo, foi obtido um valor preliminar de porosidade necessária para que ocorra a deflexão das trincas.

Através de análise microscópica da superfície de fratura, constatou-se a ocorrência de *pull out*, que corresponde ao arrancamento das fibras da interface. A eficiência das interfaces porosas para a tenacificação de CMCs deve, no entanto, ser comprovada em análises complementares na sequência deste trabalho.

Além disso, a relação percentual de porosidade com a espessura da interface pode ser otimizada, bem como a repetibilidade do recobrimento das fibras pode ser alcançada pela aplicação de um processo mais bem controlado de *dip coating*. Por fim, as propriedades mecânicas dos compósitos com fibras devem ser comparados a corpos de alumina monolítica.

## 6 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem pelo suporte financeiro a Capes, CNPq e FINEP através do projeto Bragecrim 039/08.

## 7 REFERÊNCIAS

- [1] MARSHALL, D.B., EVANS, A.G., “Failure mechanisms in ceramic-fiber/ceramic-matrix composites”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 68, n. 5, pp. 225-231, 1985.
- [2] BUDIANSKY, B., HUTCHINSON, J.W., EVANS, A.G., “Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics”, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 34, n. 2, pp. 167-189, 1986.
- [3] PREWO, K.M., “Fiber-reinforced ceramics: New opportunities for composite materials”, *American Ceramic Society Bulletin*, v. 68, n. 2, pp. 395-400, 1989.
- [4] EVANS, A.G., ZOK, F.W., DAVIS, J., “The role of interfaces in fiber-reinforced brittle matrix composites”, *Composites Science and Technology*, v. 42, n. 1-3, pp. 3-24, 1991.
- [5] BUDIANSKY, B., EVANS, A.G., HUTCHINSON, J.W., “Fiber-matrix debonding effects on cracking in aligned fiber ceramic composites”, *International Journal of Solids and Structures*, v. 32, n. 3-4, pp. 315-328, 1995.
- [6] TU, W.-C., LANGE, F.F., EVANS, A.G., “Concept for a damage-tolerant ceramic composite with strong interfaces”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 79, n. 2, pp. 417-424, 1996.
- [7] BALDUS, P., JANSEN, M., SPORN, D., “Ceramic fibers for matrix composites in high-temperature engine applications”, *Science*, v. 285, n. 5428, pp. 699-703, 1999.
- [9] NASLAIN, R., “Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: An overview”, *Composites Science and Technology*, v. 64, n. 2, pp. 155-170, 2004.
- [10] SCHMIDT, S., BEYER, S., KNABE, H., *et al.*, “Advanced ceramic matrix composite materials for current and future propulsion technology applications”, *Acta Astronautica*, v. 55, n. 3-9, pp. 409-420, 2004.
- [11] CHAWLA, K.K., “Interface mechanics and toughness”, *Ceramic Matrix Composites*, Chapter 9, London, UK, Chapman & Hall, 1993.
- [12] HE, M.Y., HUTCHINSON, J.W., “Deflection at an interface between dissimilar elastic materials”, *International Journal of Solids and Structures*, v. 25, n. 9, pp. 1053-1067, 1989.
- [13] FUJITA, H., JEFFERSON, G., MCMEEKING, R.M., ZOK, F.W., “Mullite/alumina mixtures for use as porous matrixes in oxide fiber composites”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 87, n. 2, pp. 261-267, 2004.
- [14] KINGERY, B.U., “Elasticity, Anelasticity, and Strength”, *Introduction to Ceramics*, 2<sup>nd</sup> ed., Chapter 15, New York, USA, Wiley-Interscience, 1976.
- [15] YOSHIMURA, H.N., MOLISANI, A.L., SIQUEIRA, G.R., *et al.*, “Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza”, *Cerâmica*, v. 51, pp. 239-251, 2005.
- [16] EKSI, A., SARITAS, S., “Effects of powder hardness and particle size on the densification of cold isostatically pressed powders”, *Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences*, v. 26, pp. 377-384, 2002.
- [17] MAGDESKI, J.S., “The porosity dependence of mechanical properties of sintered alumina”, *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, v. 45, n. 2, pp. 143-148, 2010.
- [18] EVANS, A.G., HE, M.Y., HUTCHINSON, J.W., “Interface debonding and fiber cracking in brittle matrix composites”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 72, n. 12, pp. 2300-2303, 1989.
- [19] DAVIS, J.B., LÖFVANDER, J.P.A., EVANS, A.G., *et al.*, “Fiber coating concepts for brittle-matrix composites”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 76, n. 5, pp. 1249-1257, 1993.